Analyzer を用いた GC/MS/MS による PAH 分析(環境汚染調査)

＜要旨＞　PAH Analyzer は GC/MS/MS が届いてから、すぐに分析が可能なようにあらかじめセットアップされた専用システムです。さまざまな環境試料（土壌、大気、海水など）や生体試料（魚、貝など）を分析する際に、装置のメンテナンス性を重視したバックフラッシュ機能もあらかじめ組み込まれています。また、MRM 条件などのメソッドもあらかじめセットされており、装置導入時には PAHs を用いてチェックを行いますので、すぐに分析を開始することができます。

Key Words: PAHs、Analyzer、GC/MS/MS、環境汚染

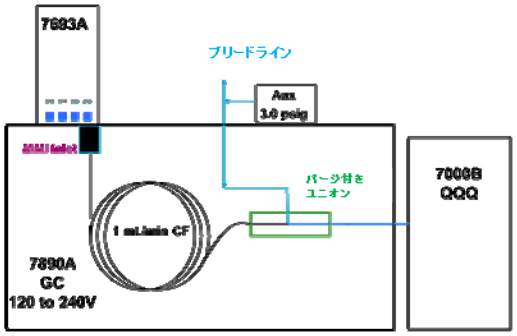
＊ ＊ ＊ ＊ ＊ ＊ ＊

1. はじめに

2010 年 4 月にメキシコ湾の石油採掘基地が爆発し、原油が流出するといった事故が起きました。この原油流出事故で、海洋汚染など環境への影響が深刻化しました。その実態を調べるために開発されたのが　PAH Analyzer です。PAHs（多環式芳香族炭化水素）は残留性が高く、発がん性も指摘されており、環境汚染実態を調べるために幅広く研究されている化合物です。

PAH Analyzer は工場出荷時にカラムやメソッド等がインストールされており、装置が届いたらすぐに分析ができるようにシステムが組まれております。

2. PAH Analyzer の概要



装置: 7890 GC/7000B GC/MS/MS with 7693A
前処理：QuEChERS に対応
注入口：MMI(マルチモードインレット)
カラム：DB-EUPAH(p/n 121-9627), 20m×0.18mm×0.14μm
バックフラッシュ, リテンションタイムロッキング(RTL),
MRM 条件：設定済み
オーブン: 50℃(0.8 min)-40℃/min-180℃(0 min)
-7℃/min-235℃(0.5 min)-35℃/min-280℃(0.5 min)
-25℃/min-334℃(5min)

3. PAH 測定対象化合物

表 1. Checkout Sample　100pg/μL (p/n G3440-85009)

No。	化合物	CAS No.	R.T.
1	Naphthalene-d8	1146652	3.983
2	Naphthalene	91203	3.997
3	1-methylnaphthalene	90120	4.382
4	2-methylnaphthalene	91576	4.496
5	Biphenyl	92524	4.776
6	2,6-dimethylnaphthalene	581420	4.800
7	Acenaphthene-d10	15067262	5.421
8	Acenaphthylene	208968	5.327
9	Acenaphthene	83329	5.458
10	2,3,5-trimethylnaphthalene	2245387	5.657
11	Fluorene	86737	6.076
12	Dibenzothiophene	132650	7.728
13	Phenanthrene-d10	1517222	7.398
14	Phenanthrene	85018	7.995
15	Anthracene	120127	9.390
16	1-methylphenanthrene	832699	9.390
17	Fluoranthene	206440	11.127
18	Pyrene	129000	11.979
19	Benz[a]anthracene	56553	14.147
20	Chrysene	218019	14.269
21	Benz[a]pyrene-d12	63466717	16.020
22	Benzo[b]fluoranthene	205992	15.590
23	Benzo[k]fluoranthene	207089	15.616
24	Benzo[j]fluoranthene	205823	16.656
25	Benzo[e]pyrene	192973	15.995
26	Benzo[a]pyrene	50328	16.050
27	Perylene	198550	16.189
28	Dibenz[a,c]anthracene	215587	17.315
29	Dibenz[a,h]anthracene	53703	17.376
30	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193395	17.392
31	Benzo[g,h,i]perylene	191242	17.913

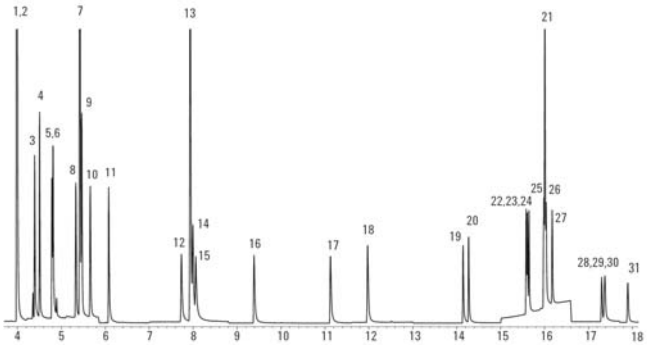
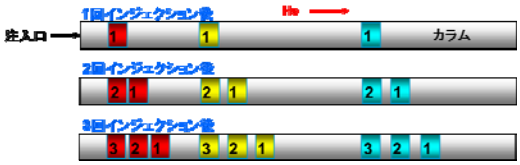


Fig. 1.　PAHs の MRM クロマトグラム(積算)

Agilent Technologies

4. バックフラッシュについて

沸点の高いマトリックスはカラムの先端に蓄積しやすいため、これらをバックフラッシュを用いることでスプリットベントから排出することができます。



測定毎にバックフラッシュすることで、カラムに汚れがたまるのを防ぐことができます

5. 前処理 QuEcHERS 法

1. サンプル 3g 量り取り
2. 内標添加
3. 1%酢酸入りアセトニトリル 15 mL 添加
4. 1 分間振とう（もしくは Voltex）
5. QuEChERS AOAC 抽出キット添加 (p/n 5982-5755)
6. 1 分間振とう後、遠心分離（4000 rpm, 5 分）
7. アセトニトリル層 1 mL 分取
8. AOAC 精製キット（p/n 5982-5122 もしくは p/n 5982-5158）
9. 1 分間振とう（もしくは Voltex）後、遠心分離
10. 500µL を GC バイアルへ分取
11. 測定用試料

6. 魚中の PAH 測定結果（前処理は QuEcHERS 法）

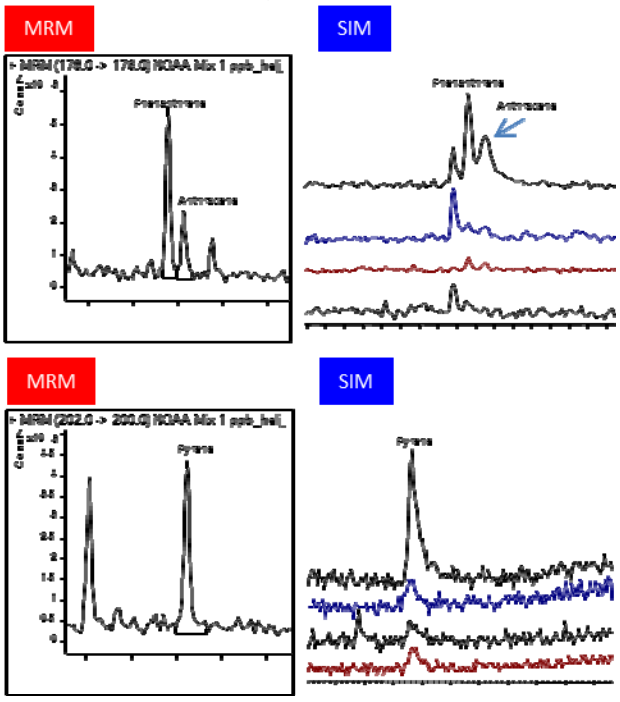


Fig. 2. 1ppb 比較（但し SIM のデータは標準溶液）

ムラサキイガイを QuEChERS 法で前処理を行い、25ppb の PAH を添加した時の SN 比を表 2. にまとめました。MRM 分析と SIM 分析を比較し、標準溶液では SN 比に大きな差はありませんでしたが、スパイクを行ったサンプルでは MRM 分析の方が良好な SN 比が得られています。(SN 比は peak to peak で計算)

表 2. ムラサキイガイ中の PAHs, SN 比の比較

	標準溶液		ムラサキイガイ	
濃度	1ppb		25ppb 添加	
装置	7000B MRM	5975C SIM	7000B MRM	5975C SIM
Naphthalene	36	23	-	-
Fluorene	8.0	7.2	112	92
Phenanthrene	6.7	8.8	121	69
Anthracene	6.8	5.7	100	60
Fluoranthene	8.0	5.3	88	43
Pyrene	6.3	4.6	105	39
Benz[a]anthracene	22	5.0	130	128
Chrysene	21	5.1	130	121
Benzo[a]pyrene	15	10	60	11

6. まとめ

QuEcHERS 法による前処理と、PAH Analyzer を用いることで、種々の試料中の PAHs の迅速な分析が可能でした。

【GCMS-201111SG-002】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp